

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 03047531
PUBLICATION DATE : 28-02-91

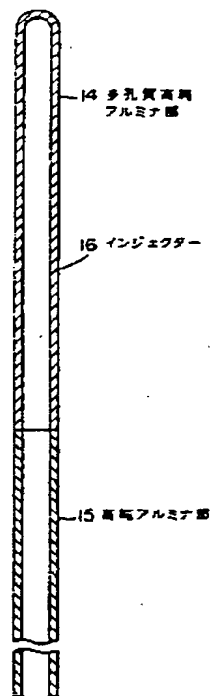
APPLICATION DATE : 11-07-89
APPLICATION NUMBER : 01179636

APPLICANT : TOKYO ELECTRON SAGAMI LTD;

INVENTOR : MIYAHISA TOSHIKI;

INT.CL. : B01J 19/00 H01L 21/205 H01L 21/31

TITLE : FLUID DISPERSING APPARATUS AND
TREATMENT APPARATUS USING THE
SAME



ABSTRACT : PURPOSE: To make the concentration distribution of a fluid almost uniform and disperse the fluid by installing a porous body midway in a fluid supplying route and passing the fluid through the cross section of the porous body.

CONSTITUTION: A porous body 14 is put midway in a fluid supplying route 16 and a fluid is passed through the cross section 14 of the porous body so that the concentration distribution of the fluid is made almost uniform and disperse the fluid. For example, an injector 16 is prepared by unitedly sintering a porous highly pure alumina part 14 and a conventional highly pure alumina part 15. When a reaction gas at high pressure is supplied to the injector 16, the gas is sprayed outside through infinitely thin capillary tubes and thus the internal pressure of each pore of an injector can be set to be extremely close to that at the tip part and the sprayed amount of the reaction gas can be made uniform independently of the location. Moreover, the mechanical strength of the injector is higher as compared with that of injector made of quartz and the injector has excellent temperature characteristics.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-47531

⑮ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)2月28日

B 01 J 19/00
H 01 L 21/205
21/31

A 6345-4 G
7739-5 F
A 6940-5 F

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全8頁)

⑭ 発明の名称 流体拡散装置及びこれを用いた処理装置

⑰ 特 願 平1-179636

⑱ 出 願 平1(1989)7月11日

⑲ 発 明 者 布 施 昇 神奈川県津久井郡城山町川尻字本郷3210番1 テル相模株式会社内

⑲ 発 明 者 宮 壽 俊 明 神奈川県津久井郡城山町川尻字本郷3210番1 テル相模株式会社内

⑲ 出 願 人 東京エレクトロン相模株式会社 神奈川県津久井郡城山町川尻字本郷3210番1

⑲ 代 理 人 弁理士 井 上 一 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

流体拡散装置及びこれを用いた処理装置

2. 特許請求の範囲

(1) 流体の供給経路途中に多孔質体を配設し、上記流体を上記多孔質体断面に通過させることで、流体濃度分布をほぼ均一にし、上記流体を拡散させることを特徴とする流体拡散装置。

(2) 被処理体を配設した処理容器内に、上記処理容器内に延設されたインジェクターを介して反応ガスを供給し、上記被処理体を処理する処理装置において、

上記インジェクターを、一端が密閉された中空筒状の多孔質体で構成したことを特徴とする処理装置。

(3) 被処理体を配設した処理容器内に、この処理容器の一端より反応ガスを供給し、上記被処理体を処理する処理装置において、

上記処理容器内にて上記反応ガスが上記被処理体に到達する前の上流側に、多孔質拡散板を配設

したことを特徴とする処理装置。

3. 発明の詳細な説明

[発明の目的]

(産業上の利用分野)

本発明は、流体拡散装置及び反応ガスにより被処理体を処理する処理装置に関する。

(従来の技術)

半導体工業では、半導体基板に不純物原子を直接的にまたは間接的に均一に添加することが重要な技術である。また、半導体基板上に例えば二酸化珪素等の珪素化合物、もしくは多結晶、単結晶層を形成すると共に、その珪素または珪素化合物に不純物原子を均一に添加すること、及びその再現性が重要な技術である。半導体素子がより高度化され、例えば、半導体集積回路素子でその集積度が高くなればなるほど、半導体結晶へ添加する不純物原子の量、半導体基板上への各種気相成長層及びその気相成長層への不純物原子の数量を精密に制御することが必要となる。

例えば、二酸化珪素層の形成の場合、従来は横

型熱処理炉を使用していたが、反応気体の反応領域（珪素基板の入っている領域）への濃度分布をより均一にする工夫が、構型の構造的な理由により非常に困難であった。そこで、この難点を克服するため、近年では系全体を縦構造にして対処している。

第8図は従来の縦型炉を示すものであり、系全体は加熱炉1で覆われ、その内部に石英の二重管としてのアウターチューブ2、インナーチューブ3が設けられている。インナーチューブ3の均熱領域には石英ポート4が配設可能となっていて、このポート4には多数枚の珪素基板5が搭載されている。反応容器の流速を規制するキャリアガスとしての不活性ガスを前記インナーチューブ3に導入するために、不活性ガス導入管6a、6bが設けられ、インナーチューブ3の上端より不活性ガスを導入可能としている。一方、反応ガスの導入管は、通常導入すべき反応ガスの種類に対応して設けられ、二酸化珪素層の気相成長では珪素化合物のインジェクター7と、酸素ガスインジェク

ター8（第8図においてインジェクター8はインジェクター7の後方に存在する）を、インナーチューブ3の縦軸方向に沿って延設している。このインジェクター7、8は、第9図（A）、（B）に示すように、その縦軸方向にて所定間隔毎に多数の孔9を穿設し、この各孔9が前記石英ポート4に搭載された複数枚の珪素基板5に対向する位置に設定されるように、前記インジェクター7、8がインナーチューブ3内に配置されることになる。反応容器の排気系としては、前記インナーチューブ3の下端側に接続した排気口10を設けると共に、前記インジェクター7、8と対向する前記インナーチューブ3の壁面に、多数の孔またはスリット11を配設し、このスリット11を介してアウターチューブ2側に放出されたガスを、排気口12を介して排気可能としている。

通常、二酸化珪素層の気相成長では、常圧で実施されているが、より膜厚の均一性を向上するために、反応ガスのMean Free Pathを大きくする目的で、前記排気口10、12は真空系に直結して

ある。さらに、系全体はポート4を中心に円柱座標対称であるが、反応ガスの流れが珪素基板5表面に平行であるため、より均一性を確保する理由から回転軸13によりポート4全体を任意の回転速度で気相成長中回転できるようにしている。

（発明が解決しようとする課題）

近年の半導体素子では、例えばダイナミックRAMを例に挙げると、1M、4M、16Mとその技術革新の速度はより加速され、設計基準値もサブミクロンの領域に突入しただけでなく、単結晶珪素も含めた多層気相成長層を採用し、やがては素子の実装技術の壁に突きあたり、三次元構造へと技術革新が進展することは容易に考えられている。

そこで考えられることは、気相成長層の精密制御であり、珪素のみならず各気相成長層への不純物原子数量の精密制御、及び各気相成長層の化学的、物理的特性の制御である。このためには、反応領域での反応ガス濃度分布をより均一にする必要がある。そして、上述した装置においては、第

9図（A）、（B）に示すインジェクター7、8において、複数個の孔9を N_1, N_2, \dots, N_n とすれば、1番目の孔から N 番目の孔を通過してそれぞれ噴出される珪素化合物ガスの噴出流速 V_1, V_2, \dots, V_n がすべて等しいことが望ましい。このためには、1番目の孔近傍の圧力 P_1 から、 N 番目の孔近傍の圧力 P_n は、その粘性が非常に小さい簡単なモデルを想定すれば、これらが全て等しい必要がある。

しかしながら、長さ1mもの細管で、しかもかなりの高温下での反応ガスの温度変化等をも考慮すると、上記の条件を満足することは不可能に近い。

さらに、インジェクター7、8の孔9の大きさ、密度等は、反応ガスの種類等に応じて経験則で設計しているのが一般的であり、導入すべき反応ガスの種類が変わる毎にインジェクターを交換しなければならないという煩わしさもある。

さらに、上記のようなインジェクター7、8の細管に、多数の孔9を穿設した場合には、特に熱

処理炉の場合高温で使用するために変形を生じ、経験則で設計した設定値より異なったものとなってしまう、プロセスの再現性が悪いという問題も生じていた。

そこで、本発明の目的とするところは、流体の濃度分布をほぼ均一にして流体を拡散させ、しかも機械的強度が強く、熱変形の少ない流体拡散装置を提供することであり、さらには、この流体拡散装置を反応ガスの拡散供給部として使用することで、気相成長等の精密制御が可能な処理装置を提供することにある。

〔発明の構成〕

（課題を解決するための手段）

第1の発明は、流体の供給経路途中に多孔質体を配設し、上記流体を上記多孔質体断面に通過させることで、流体濃度分布をほぼ均一にし、上記流体を拡散させることを特徴とするものである。

第2の発明は、被処理体を配設した処理容器内に、上記処理容器内に延設されたインジェクターを介して反応ガスを供給し、上記被処理体を処理

面に流体を通過させることで、流体濃度分布をほぼ均一にして流体を拡散することが可能となる。また、多孔質体は、そのもの自体の特性により多くの微細孔を有するものであるもので、従来のように孔を人為的に形成したものと比較すればその機械的強度が強く、また材質を選択すれば熱的変形をも十分に抑えることが可能である。

そして、このような流体拡散装置を処理装置における反応ガス供給拡散手段として用いることにより、反応領域内にて反応ガスの濃度分布を均一にすることが可能となり、気相成長等の精密制御が可能となる。

（実施例）

以下、本発明の実施例について図面を参照して説明する。

まず、流体拡散装置の実施例について、第1図(A)、(B)を参照して説明する。第1図(A)は多孔質高純アルミナ部14と通常の高純アルミナ部15とを一体に焼結して、インジェクター16を形成したものである。このインジェクター

する処理装置において、

上記インジェクターを、一端が密閉された中空筒状の多孔質体で構成したことを特徴とするものである。

第3の発明は、被処理体を配設した処理容器内に、この処理容器の一端より反応ガスを供給し、上記被処理体を処理する処理装置において、

上記反応ガスが上記被処理体に到達する前の上流側に、多孔質拡散板を配設したことを特徴とするものである。

（作用）

本発明における多孔質体とは、人為的に加工、形成された孔を有するものではなく、それ自体の性質、製造工程により元々多数の孔をその内部構造としてランダムに有しているものを言う。この種の多孔質体では、各孔の形状、大きさはそれぞれ異なる場合もあるが、これを単位面積毎に比較した場合には、孔の数量が多いこと及び配置のランダム性により各単位面積あたりの開孔率はほぼ均等なものと考えられる。従って、この多孔質体断

16に高圧の反応ガスを供給することにより非常に小さい無限に近い毛细管を通して外部に噴出されるため、インジェクターの各孔の内部圧力は、先端部をも含め非常に近い圧力に設定でき、反応気体の噴出量は場所に依存せず均一にできるばかりか、機械的強度も石英と比較して大きく、温度特性も優れている。

第1図(B)は、流体供給路17途中に、多孔質セラミック板20を配設したものであり、この場合も同様な作用により、均一拡散を実現できる。

尚、多孔質体の形状はどのようなものでもよく、大きな球面でもよいばかりか、局部的に多孔質セラミックスを焼結することも可能で、どのような反応気体または不純物添加気体の広い範囲、反対に局部的に供給するのに非常に最適である。

次に、処理装置に適用した実施例について説明する。

第2図は焼の予備拡散炉の説明図である。この拡散炉は、加熱炉18で系全体を覆い、内部に反応容器である石英容器19を設置し、容器上部に

は多孔質セラミック平板20を具備した。この多孔質セラミック平板20は粒度分布5~10 μ mの高純度石英粉末を厚さ5mmに平板焼結したもので、石英容器19とは一体に石英加工してある。この石英容器19の中心部には回転軸21の上に石英ポート22を置き、複数枚の珪素基板23を搭載した。気体導入口24, 24'から窒素、酸素、オキシ塩化磷を加圧容器25に導入し、多孔質セラミック平板20を通して等速流体として反応容器19に導入する。

まず加熱炉18を温度700℃に設定し、反応容器19内を窒素ガスで置換し、石英ポート22に100枚の珪素基板23を搭載した後、容器内に挿入する。続いて温度900℃に再設定し、設定温度に達した時、酸素ガスを0.5lit/minで5分間流す。次に、更にPOCl₃を120mg/min追加し、20分間予備拡散を実施する。拡散完了後、酸素ガス及びPOCl₃の反応容器への導入を停止し、5℃/minの速度で加熱炉を冷却し、温度が500℃になったらポートを反応容器より取り出

し不活性気体の予備容器の中で100℃以下になるまで自然冷却を行い、その後ポートより珪素基板を取り出し、磷原子の予備拡散が完了する。同一条件での拡散を10回繰返した結果を第3図に示した。x軸はポート上最上部珪素基板をNo.1とし、10枚毎の測定値を示し、最下部珪素基板すなわち100枚目のものをNo.100とした。y軸は層抵抗値である。抵抗値の図中の表示方法としては○印が一珪素基板内の平均値で○印上、下に棒状で示した層抵抗値の拡がりは一珪素基板内の最大、最小値である。

また、同図上部は各珪素基板の層抵抗値の平均値を1で正規化したもので、図中上下の拡がりは一珪素基板内の層抵抗値の分布を%で表示してある。

第4図は個々の拡散の再現性を示すもので、各珪素基板の平均値のロット内100枚の平均値を示した。もう一つの拡散パラメータであるP-n接合深さは絶対値が0.1 μ m近傍のため測定精度の等の理由で省略する。

本結果から見ると従来の縦型加熱装置との比較で一珪素基板内の層抵抗分布は±4%と顕著な向上はないが、ロット内の層抵抗値分布±2%、再現性±2%と顕著な改善を果している。

第5図は、二酸化珪素層の減圧気相成長の炉の説明図である。第8図に示す従来例と相違する点は下記のとおりである。まず多孔質高純度アルミナ管を用いた複数個の気体導入口26を設ける。気相成長層により使用する気体の数により対応して設置するものであるが、本二酸化珪素層はSiH₄:Cl₂を用いて行い、不純物原子を二酸化珪素層に同時に添加すると、例えば磷の添加を考えると気体導入口26はSiH₄:Cl₂及びPOCl₃の2本を必要とする。

反応容器27は多孔質セラミック平板の気体導入口28と複数個の孔またはスリットを有した排気口29を具備している。

まず、無添加二酸化珪素層を形成する場合、まず多孔質セラミック平板の気体導入口28より不活性気体により反応容器27内を置換し、石英ポ

ート30に搭載した複数枚の珪素基板31を反応容器27に挿入する。反応容器27の温度は予め500℃に設定する。石英ポート30を反応容器27中央に設置後、気体排気口29, 29'を介し真空系に連結し、反応容器27内の真空度を0.003Torrまで排気する。この時、反応容器27に導入する気体は気体導入口28, 28'から窒素気体3lit/minを流し、容器27内を0.4Torrにする。続いて反応容器27の温度を毎分10℃の割合で600℃まで上昇させ、酸素気体1.5lit/minを気体導入口28より、SiH₄:Cl₂気体0.08lit/minを導入口26より導入し、気相成長を30分間実施する。珪素基板31上には約300Åの気相成長層ができる。

一方、この二酸化珪素層に磷原子を均一に添加する場合は、上記気相成長プロセス中、SiH₄:Cl₂気体と同時に別の気体導入口28よりPOCl₃気体120mg/minの割合で反応容器27に導入することにより、気相成長された二酸化珪素層に均一に磷原子が添加できる。

この結果として、第6図に気相成長層の厚さの測定値及びその分布値を示した。二酸化珪素中の燐原子濃度の測定は簡便な方法で精度のよいものがないため、上記プロセスで得られた燐原子の添加された二酸化珪素層からの固相拡散により、その拡散層の層抵抗を図ることにより間接評価を実施した。その結果は第7図で示した。

この結果から見て、従来の気体導入口より諸基体を導入し気相成長させた場合と比較し、珪素基板内の値は顕著な向上は見られないが、ロット内の厚さ分布及びプロセスの再現性には顕著な改善が見られる。また燐濃度の添加量の均一性及び再現性に関しても間接法ではあるが著しい改善を認める。

尚、硼素、燐、ガラスの気相成長に関しては、例えばBCI₃の如き硼素化合物気体の導入口を追加し、上記実施例と全く同一の装置で実施でき、精度の高い気相成長層を得ることができる。

尚、半導体工業で広く応用されている多結晶珪素層、単結晶珪素層、TEOS、HTO酸化膜層

の形成及びその不純物原子の添加並びに窒化珪素層等の気相成長に関しては、使用する気体に対応した気体導入口を追加することにより、精密制御された気相成長層を容易に得られる。

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の流体拡散装置によれば、供給すべき流体を多孔質体断面を通過させることにより、流体濃度分布をほぼ均一にして拡散供給することができる。しかも、従来の孔を穿設したものと比較すれば、その機械的強度が著しく高く、かつ、材質の選択により熱変形の少ないものを提供できる。

そして、この流体拡散装置を反応ガスの拡散供給部として使用した本発明の処理装置によれば、反応ガスの濃度分布をほぼ均一にして拡散供給できるので、気相成長等の精密制御が可能となる。

4. 図面の簡単な説明

第1図(A)、(B)は、本発明の流体拡散装置をインジェクター、拡散板に適用した実施例を示す概略説明図、

第2図は、本発明の処理装置を燐の予備拡散炉に適用した概略断面図、

第3図は、第2図の予備拡散炉により処理された珪素基板の、層抵抗値及び一珪素基板内の層抵抗値の分布率を示す特性図、

第4図は、第2図の予備拡散炉での再現性を示す特性図、

第5図は、本発明の処理装置を二酸化珪素層の減圧気相成長炉に適用した実施例を示す断面図、

第6図は、第5図の減圧気相成長炉で得られた気相成長層の厚さの測定値及びその分布値を示す特性図、

第7図は、第5図に示す減圧気相成長炉で得られる拡散層の層抵抗値を示す特性図、

第8図は、従来の縦型熱処理炉の概略断面図、

第9図(A)、(B)は、第8図の熱処理炉に用いられる従来のインジェクターを説明するための概略説明図である。

14…多孔質高純アルミナ部、

16…インジェクター、

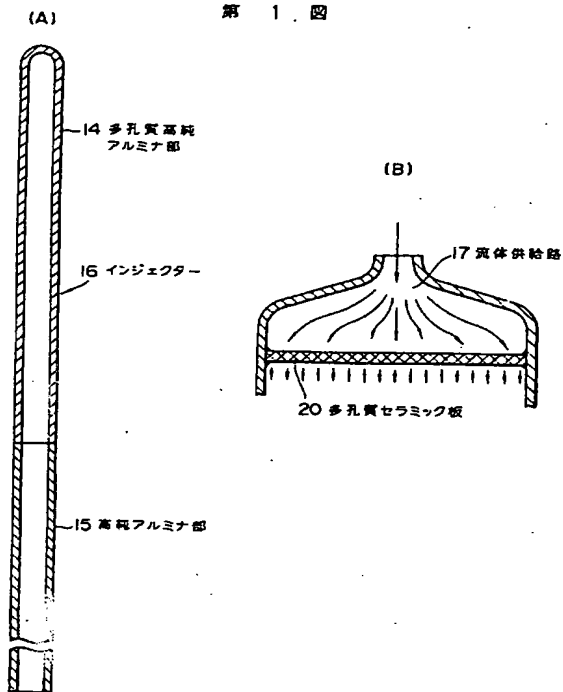
20…多孔質セラミック板、

26…多孔質高純度アルミナ管、

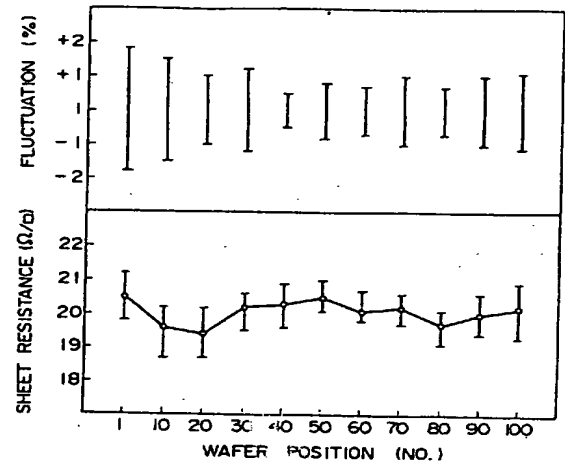
28…多孔質セラミック平板。

代理人 弁理士 井 上 一 (他1名)

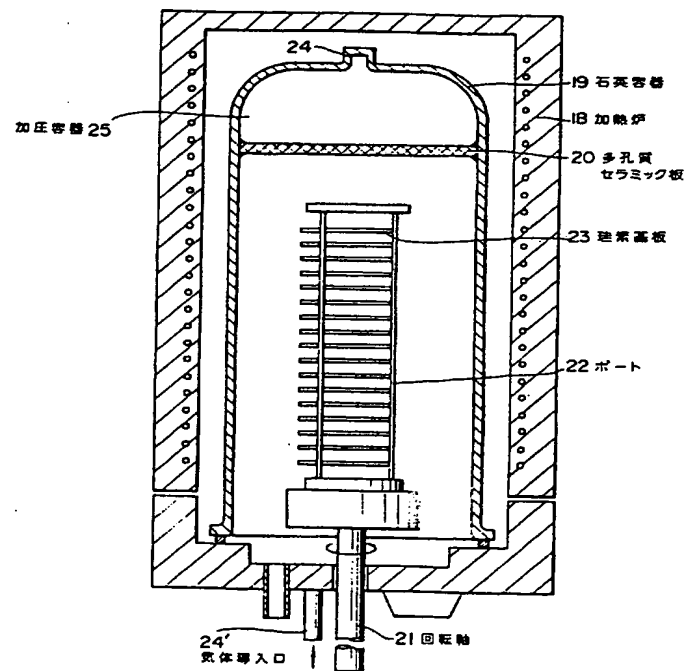
第 1 図



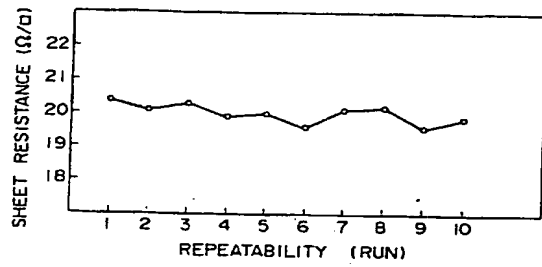
第 3 図



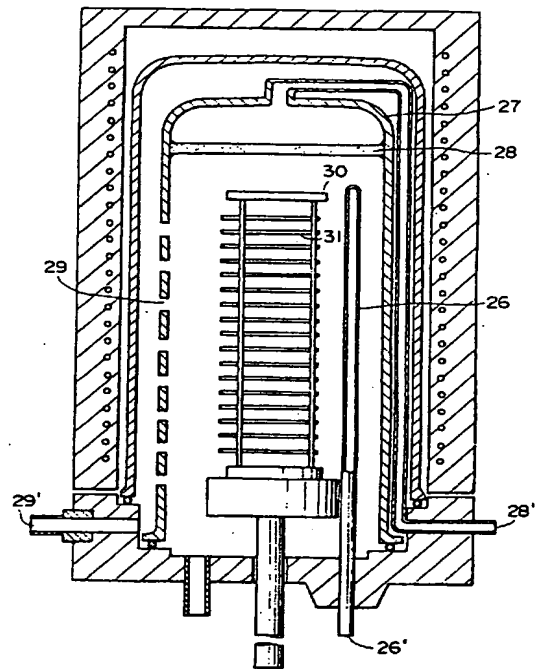
第 2 図



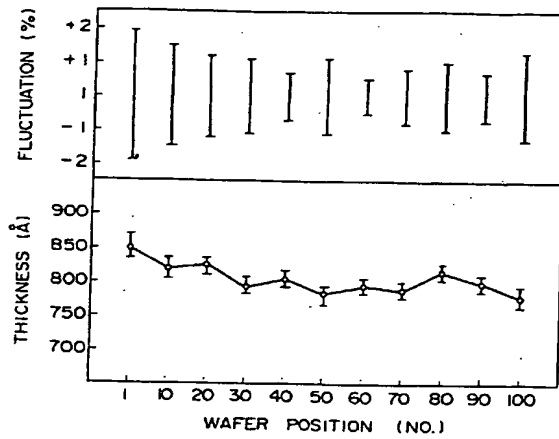
第 4 図



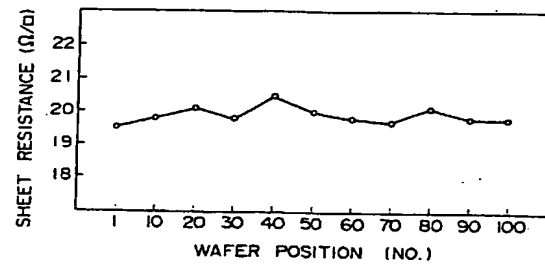
第 5 図



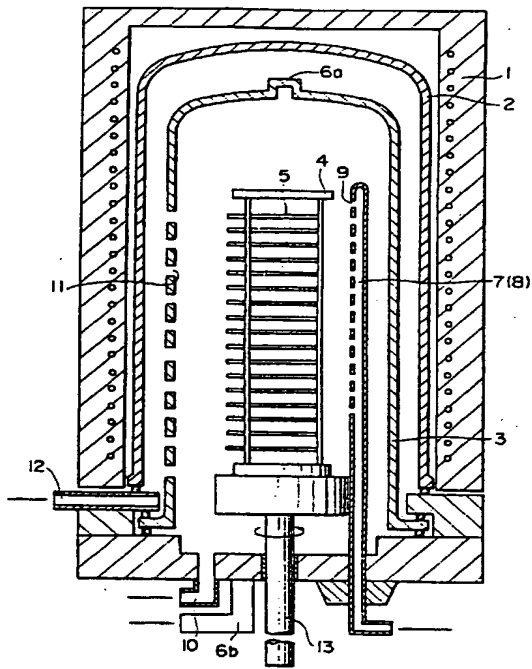
第 6 図



第 7 図



第 8 図



第 9 図

